

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-072839

(43)Date of publication of application : 21.03.2001

)Int.Cl.

C08L 65/00
C08K 5/16
C08K 5/3475
C08L 45/00
G02B 1/04
G02B 6/00

)Application number : 2000-145449

(71)Applicant : JSR CORP

)Date of filing : 17.05.2000

(72)Inventor : SEKIGUCHI MASAYUKI
OTSUKI TOSHITAKA
KASAI KAZUO
SUZUKI YOSHINOBU

)Priority

riority number : 11186285 Priority date : 30.06.1999 Priority country : JP

) WEATHERPROOF RESIN COMPOSITION

)Abstract:

OBLEM TO BE SOLVED: To obtain a weatherproof resin composition and an optical material, which have excellent weather (light) resistance and which are excellent in transparency and heat resistance, low in dusting and molding and capable of exhibiting excellent optical properties when formed into optical components.

SOLUTION: This weatherproof resin composition is characterized in that it comprises (A) a cyclic polyolefin in, (B) a benzotriazole ultraviolet absorber having a molecular weight of ≥ 300 , a vapor pressure of $\leq 1 \times 10^{-5}$ at 20°C and a 5%-weight reducing temperature of $\geq 200^\circ \text{C}$ determined by heating loss measurement and a hindered amine light stabilizer having a molecular weight of ≥ 500 , a vapor pressure of $\leq 1 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ at 20°C and a 5%-weight reducing temperature of $\geq 250^\circ \text{C}$ determined by heating loss measurement.

LEGAL STATUS

ite of request for examination]

ite of sending the examiner's decision of rejection]

nd of final disposal of application other than the

miner's decision of rejection or application

verted registration]

ite of final disposal for application]

itent number]

ite of registration]

umber of appeal against examiner's decision of

ection]

ite of requesting appeal against examiner's decision

rejection]

ite of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-72839

(P2001-72839A)

(43) 公開日 平成13年3月21日 (2001.3.21)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 8 L 65/00		C 0 8 L 65/00	2 H 0 5 0
C 0 8 K 5/16		C 0 8 K 5/16	4 J 0 0 2
5/3475		5/3475	
C 0 8 L 45/00		C 0 8 L 45/00	
G 0 2 B 1/04		G 0 2 B 1/04	
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 11 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2000-145449 (P2000-145449)

(22) 出願日 平成12年5月17日 (2000.5.17)

(31) 優先権主張番号 特願平11-186285

(32) 優先日 平成11年6月30日 (1999.6.30)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000004178

ジェイエスアール株式会社

東京都中央区築地2丁目11番24号

(72) 発明者 関口 正之

東京都中央区築地2丁目11番24号 ジェイ

エスアール株式会社内

(72) 発明者 大月 敏敬

東京都中央区築地2丁目11番24号 ジェイ

エスアール株式会社内

(72) 発明者 河西 和雄

東京都中央区築地2丁目11番24号 ジェイ

エスアール株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐候性樹脂組成物

(57) 【要約】

【課題】 耐候（光）性が優れるとともに、透明性、耐熱性に優れ、成形加工時の発塵性が少なく光学部品に成形加工した際に優れた光学特性を発揮する良好な耐候性樹脂組成物および光学用材料を提供する。

【解決手段】 (A) 環状ポリオレフィン系樹脂および (B) 分子量が300以上、温度20℃における蒸気圧が 1×10^{-8} Pa以下であり加熱減量測定での5%重量減少温度が200℃以上であるベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤および (C) 分子量が500以上、温度20℃における蒸気圧が 1×10^{-6} Pa以下であり加熱減量測定での5%重量減少温度が250℃以上であるヒンダードアミン系光安定剤を含有してなることを特徴とする耐候性樹脂組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (A) 環状ポリオレフィン系樹脂および

(B) 分子量が300以上、温度20℃における蒸気圧が 1×10^{-8} Pa以下であり加熱減量測定での5%重量減少温度が200℃以上であるベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤および(C) 分子量が500以上、温度20℃における蒸気圧が 1×10^{-6} Pa以下であり加熱減量測定での5%重量減少温度が250℃以上であるヒンダードアミン系光安定剤を含有してなることを特徴とする耐候性樹脂組成物。

【請求項 2】 (A) 成分100重量部あたり、

(B) 成分の含有量が0.00001~10重量部であり、(C) 成分の含有量が0.00001~10重量部である請求項1記載の耐候性樹脂組成物。

【請求項 3】 請求項1記載の耐候性樹脂組成物からなる光学用材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、耐候（光）性が優れるとともに、透明性、耐熱性に優れ、成形加工時の発塵性が少なく光学部品に成形加工した際に優れた光学特性を発揮する良好な耐候性樹脂組成物および光学用材料に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、耐熱性の透明熱可塑性樹脂として、環状オレフィン系重合体が注目されており、該環状ポリオレフィン系樹脂としては例えば特開平1-132625号公報、特開平1-132626号公報、特開昭63-218726号公報、特開平2-133413号公報、特開昭61-120816号公報、特開昭61-115912号公報等に記載されている。環状ポリオレフィン系樹脂は、主鎖構造の剛直性に起因する高いガラス転移温度、主鎖構造に嵩高い基を有するため非晶性で高い透明性を有し、かつ分極率の異方性が小さいことによる低複屈折性等の特徴を有している。環状ポリオレフィン系樹脂のこれらの特徴を生かして、光ディスク、光学レンズ、光ファイバー、光半導体封止等の用途での応用が進められている。これら分野への応用においては、例えば屋外での使用や光源近くでの使用のように、紫外線成分が多く照射される環境では、場合により成形品が黄色く変色したり、時によっては成形品表面に微細なクラックが発生するなどの問題を生じており、その改善が求められていた。一般に、熱可塑性樹脂に紫外線吸収剤を配合することで耐紫外線性が向上して耐候（光）性が向上することは公知であり、例えば、特開平9-268250や特開平4-154862に記載されている。しかしながら、今般の高精度の特性が要求される光学部品に使用した場合において、成形加工時に発塵して金型内や押出しロール表面に析出して光学部品の特性を著しく低下させることがしばしば起こり、上記耐候（光）性に

加えて、透明性、耐熱性に優れ、成形加工時の発塵性が少なく光学部品を成形した際に優れた光学特性を発揮する良好な耐候性樹脂組成物および光学用材料が求められていた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、環状ポリオレフィン系樹脂本来の透明性、耐熱性、機械的特性を損なうことなく、耐候（光）性に優れ、成形加工時の発塵性が少なく光学部品に成形加工した際に優れた光学特性を発揮する良好な耐候性樹脂組成物および光学用材料を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、

(A) 環状ポリオレフィン系樹脂および(B) 分子量が300以上、温度20℃における蒸気圧が 1×10^{-8} Pa以下であり加熱減量測定での5%重量減少温度が200℃以上であるベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤および(C) 分子量が500以上、温度20℃における蒸気圧が 1×10^{-6} Pa以下であり加熱減量測定での5%重量減少温度が250℃以上であるヒンダードアミン系光安定剤からなることを特徴とする耐候性樹脂組成物、および該樹脂組成物からなる光学用材料を提供するものである。

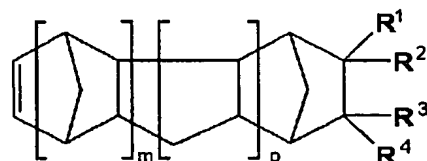
【0005】

【発明の実施の形態】本発明の耐候性樹脂組成物において、(A) 成分としては、環状ポリオレフィン系樹脂が用いられる。本発明に用いられる環状ポリオレフィン系樹脂としては、次のような重合体が挙げられる。

- ①化1で表される特定単量体の開環重合体、
- ②化1で表される特定単量体と共重合性単量体との開環共重合体、
- ③前記①②の開環（共）重合体の水素添加重合体、
- ④前記①②の開環（共）重合体をフリーデルクラフト反応により環化した後、水素添加した（共）重合体、
- ⑤化1で表される特定単量体と不飽和二重結合含有化合物との飽和共重合体、
- ⑥特定単量体、ビニル系環状炭化水素系単量体、シクロペンタジエン系単量体から選ばれる1種以上の単量体の付加型（共）重合体およびその水素添加物（共）重合体。

【0006】

【化1】



【0007】〔化1式中、R¹~R⁴は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、炭素数1~10の炭化水素基、また

はその他の1価の有機基であり、それぞれ同一又は異なっているもよい。 R^1 と R^2 または R^3 と R^4 は、一体化して2価の炭化水素基を形成しても良く、 R^1 または R^2 と R^3 または R^4 とは互いに結合して、単環または多環構造を形成してもよい。 m は0または正の整数であり、 p は0または正の整数である。]

【0008】<特定単量体>上記化1で表される特定単量体のうち、好ましいのは、式中、 R^1 および R^3 が水素原子または炭素数1~10の炭化水素基であり、 R^2 および R^4 が水素原子または一価の有機基であって、 R^2 および R^4 の少なくとも一つは水素原子および炭化水素基以外の極性を有する極性基を示し、 m は0~3の整数、 p は0~3の整数であり、より好ましくは $m+p=0\sim4$ 、さらに好ましくは0~2、とくに好ましくは1である。特定単量体のうち、極性基が特に式-(CH₂)_nCOORで表される特定の極性基である特定単量体は、得られる環状ポリオレフィン系重合体の水素添加物が高いガラス転移温度と低い吸湿性を有するものとなる点で好ましい。上記の特定の極性基にかかる式において、 R は炭素原子数1~12の炭化水素基、好ましくはアルキル基である。また、 n は通常、0~5であるが n の値が小さいものほど、得られる環状ポリオレフィン系重合体のガラス転移温度が高くなるので好ましく、さらに n が0である特定単量体は、その合成が容易である点で、また、得られる環状ポリオレフィン系重合体がガラス転移温度の高いものとなる点で好ましい。さらに、前記一般式1において R^1 または R^3 がアルキル基であることが好ましく、炭素数1~4のアルキル、さらに好ましくは1~2、特にメチル基であることが好ましく、特にこのアルキル基が上記の式-(CH₂)_nCOORで表せる特定の極性基が結合した炭素原子と同一の炭素原子に結合されていることが好ましい。また、一般式1において m が1である特定単量体は、ガラス転移温度の高い環状ポリオレフィン系重合体得られる点で好ましい。

【0009】上記化1で表わされる特定単量体の具体例としては、次のような化合物が挙げられる。ビシクロ

[2. 2. 1]ヘプト-2-エン、トリシクロ [5. 2. 1. 02,6] -8-デセン、テトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、ペンタシクロ [6. 5. 1. 13,6. 02,7. 09,13] -4-ペンタデセン、ペンタシクロ [7. 4. 0. 12,5. 19,12. 08,13] -3-ペンタデセン、トリシクロ [4. 4. 0. 12,5] -3-ウンデセン、5-メチルビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5-エチルビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5-メトキシカルボニルビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5-メチル-5-メトキシカルボニルビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5-シアノビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、8-メトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-

ドデセン、8-エトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、8-n-プロポキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、8-イソプロポキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、8-n-ブトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、8-メチル-8-メトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、8-メチル-8-エトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、8-メチル-8-n-プロポキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、8-メチル-8-イソプロポキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、8-メチル-8-n-ブトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、ジメタノオクタヒドロナフタレン、エチルテトラシクロドデセン、6-エチリデン-2-テトラシクロドデセン、トリメタノオクタヒドロナフタレン、ペンタシクロ [8. 4. 0. 12,5. 19,12. 08,13] -3-ヘキサデセン、ヘプタシクロ [8. 7. 0. 13,6. 110,17. 112,15. 02,7. 011,16] -4-エイコセン、ヘプタシクロ [8. 8. 0. 14,7. 111,18. 113,16. 03,8. 012,17] -5-ヘンエイコセン、5-エチリデンビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、8-エチリデンテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、5-フェニルビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、8-フェニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12,5. 17,10] -3-ドデセン、5-フルオロビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5-フルオロメチルビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5-トリフルオロメチルビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5-ペンタフルオロエチルビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5, 5-ジフルオロビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5, 6-ジフルオロビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5, 5-ビス(トリフルオロメチル)ビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5, 6-ビス(トリフルオロメチル)ビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5-メチル-5-トリフルオロメチルビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5, 5, 6-トリフルオロビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5, 5, 6-トリス(フルオロメチル)ビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5, 5, 6, 6-テトラフルオロビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5, 5, 6, 6-テトラキス(トリフルオロメチル)ビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5, 5-ジフルオロ-6, 6-ビス(トリフルオロメチル)ビシクロ [2. 2. 1]ヘプト-2-エン、5, 6-ジフルオロ-5, 6-ビス(トリフル

オロメチル) ビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン、5, 5, 6-トリフルオロ-5-トリフルオロメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン、5-フルオロ-5-ペンタフルオロエチル-6, 6-ビス (トリフルオロメチル) ビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン、5, 6-ジフルオロ-5-ヘプタフルオロ-iso-プロピル-6-トリフルオロメチルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン、5-クロロ-5, 6, 6-トリフルオロビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン、5, 6-ジクロロ-5, 6-ビス (トリフルオロメチル) ビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン、5, 5, 6-トリフルオロ-6-トリフルオロメトキシビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン、5, 5, 6-トリフルオロ-6-ヘプタフルオロプロポキシビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン、8-フルオロテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-フルオロメチルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-ジフルオロメチルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-トリフルオロメチルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-ペンタフルオロエチルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 8-ジフルオロテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 8-ビス (トリフルオロメチル) テトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 9-ビス (トリフルオロメチル) テトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-メチル-8-トリフルオロメチルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 8, 9-トリフルオロテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 8, 9-トリス (トリフルオロメチル) テトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 8, 9-テトラフルオロテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 8, 9-テトラキス (トリフルオロメチル) テトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 8-ジフルオロ-9, 9-ビス (トリフルオロメチル) テトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 9-ジフルオロ-8, 9-ビス (トリフルオロメチル) テトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 8, 9-トリフルオロ-9-トリフルオロメチルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 8, 9-トリフルオロ-9-トリフルオロメトキシテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 8, 9-トリフルオロ-9-ペンタフルオロプロポキシテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-

フルオロ-8-ペンタフルオロエチル-9, 9-ビス (トリフルオロメチル) テトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 9-ジフルオロ-8-ヘプタフルオロ-iso-プロピル-9-トリフルオロメチルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-クロロ-8, 9, 9-トリフルオロテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8, 9-ジクロロ-8, 9-ビス (トリフルオロメチル) テトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8- (2, 2, 2-トリフルオロエトキシカルボニル) テトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-メチル-8- (2, 2, 2-トリフルオロエトキシカルボニル) テトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-エチリデンテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-エチルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、ペンタシクロ [7. 4. 0. 12, 5. 19, 12, 08, 13] -3-ペンタデセンが好ましい。また、本発明の耐候性樹脂組成物を成形加工して光学部品とした後に、反射防止膜やハードコート等の層を部品表面に形成する場合、これらの層との密着性が特に優れたものとなることから、極性基、特に式- $(CH_2)_nCOOR$ で表される特定の極性基を有する特定単量体がこのましい。かかる例としては、例えば、5-メトキシカルボニルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン、5-メチル-5-メトキシカルボニルビシクロ [2. 2. 1] ヘプト-2-エン、8-メトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-エトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-n-プロポキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-イソプロポキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-n-ブトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-メチル-8-メトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-メチル-8-エトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-メチル-8-n-プロポキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-メチル-8-イソプロポキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、8-メチル-8-n-ブトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12, 5. 17, 10] -3-ドデセン、が好ましく、特に好ましくは、8-メチル-8-メトキシカルボニルテトラシクロ

[4. 4. 0. 12. 5. 17. 10] - 3-ードデセン、8-メチル-8-エトキシカルボニルテトラシクロ [4. 4. 0. 12. 5. 17. 10] - 3-ードデセンである。

【0010】<共重合性単量体>開環重合工程においては、上記の特定単量体を単独で開環重合させてもよいが、当該特定単量体と共重合性単量体とを開環共重合させてもよい。この場合に使用される共重合性単量体の具体例としては、シクロブテン、シクロペンテン、シクロヘプテン、シクロオクテン、トリシクロ [5. 2. 1. 02. 6] - 3-ードデセン、5-エチリデン-2-ノルボルネン、ジシクロペンタジエンなどのシクロオレフィンを挙げるができる。シクロオレフィンの炭素数としては、4~20が好ましく、さらに好ましいのは5~12である。更にポリブタジエン、ポリイソプレンなどの共役ジエン化合物、スチレン-ブタジエン共重合体、エチレン-非共役ジエン共重合体、ポリノルボルネンなどの主鎖に炭素-炭素間二重結合を2つ以上含む不飽和炭化水素系ポリマーなどの存在下に特定単量体を開環重合させてもよい。そして、この場合に得られる開環共重合体は、そのままでも用いられるが、これをさらに水素添加して得られた水素添加物は、耐衝撃性の大きい樹脂の原料として有用である。

【0011】<飽和共重合体を構成する不飽和二重結合含有化合物>飽和共重合体よりなる環状ポリオレフィン系樹脂を得るために、前記特定単量体と共に使用される不飽和二重結合含有化合物としては、例えばエチレン、プロピレン、ブテンなど好ましくは炭素数2~12、さらに好ましくは2~8のオレフィン系化合物を挙げるができる。これらの不飽和二重結合含有化合物は、

「特定単量体/不飽和二重結合含有化合物(重量比)」が、90/10~40/60が好ましく、更に好ましくは85/15~50/50となる割合で用いられる。

【0012】<シクロペンタジエン系単量体>本発明の付加型重合体の単量体に使用されるシクロペンタジエン系単量体としては例えば、シクロペンタジエン、1-メチルシクロペンタジエン、2-メチルシクロペンタジエン、2-エチルシクロペンタジエン、5-メチルシクロペンタジエン、5, 5-メチルシクロペンタジエンなどが挙げられる。

【0013】<ビニル化環状炭化水素系単量体>本発明の付加型重合体の単量体に使用されるビニル化環状炭化水素系単量体としては例えば、4-ビニルシクロペンテン、2-メチル-4-イソプロペニルシクロペンテンなどのビニルシクロペンテン系単量体、4-ビニルシクロペンタン、4-イソプロペニルシクロペンタンなどのビニルシクロペンタン系単量体などのビニル化5員環炭化水素系単量体、4-ビニルシクロヘキセン、4-イソプロペニルシクロヘキセン、1-メチル-4-イソプロペニルシクロヘキセン、2-メチル-4-ビニルシクロヘキセン、2-メチル-4-イソプロペニルシクロヘキセ

ンなどのビニルシクロヘキセン系単量体、4-ビニルシクロヘキサン、2-メチル-4-イソプロペニルシクロヘキサンなどのビニルシクロヘキサン系単量体、スチレン、 α -メチルスチレン、2-メチルスチレン、3-メチルスチレン、4-メチルスチレン、1-ビニルナフタレン、2-ビニルナフタレン、4-フェニルスチレン、p-メトキシスチレン等のスチレン系単量体、d-テルペン、1-テルペン、ジテルペン、d-リモネン、1-リモネン、ジペンテン等のテルペン系単量体、4-ビニルシクロヘプテン、4-イソプロペニルシクロヘプテン等のビニルシクロヘプテン系単量体、4-ビニルシクロヘプタン、4-イソプロペニルシクロヘプタン等のビニルシクロヘプタン系単量体などが挙げられる。

【0014】<重合触媒>本発明において、開環重合反応はメタセシス触媒の存在下に行われる。このメタセシス触媒は、(a) W、MoおよびReの化合物から選ばれた少なくとも1種と、(b) デミングの周期律表 I A 族元素 (例えばLi、Na、Kなど)、II A 族元素 (例えばMg、Caなど)、III A 族元素 (例えばZn、Cd、Hgなど)、III A 族元素 (例えばB、Alなど)、IV A 族元素 (例えばSi、Sn、Pbなど) あるいはIVB族元素 (例えばTi、Zrなど) の化合物であって、少なくとも1つの当該元素-炭素結合あるいは当該元素-水素結合を有するものから選ばれた少なくとも1種との組合せからなる触媒である。またこの場合に触媒の活性を高めるために、後述の添加剤(c)が添加されたものであってもよい。(a)成分として適当なW、MoあるいはReの化合物の代表例としては、 $WC l_6$ 、 $MoCl_5$ 、 $ReOCl_3$ など特開平1-240517号公報に記載の化合物を挙げるができる。(b)成分の具体例としては、 $n-C_4H_9Li$ 、 $(C_2H_5)_3Al$ 、 $(C_2H_5)_2AlCl$ 、 $(C_2H_5)_1.5AlCl_{1.5}$ 、 $(C_2H_5)AlCl_2$ 、メチルアルモキサン、LiHなど特開平1-240517号公報に記載の化合物を挙げるができる。添加剤である(c)成分の代表例としては、アルコール類、アルデヒド類、ケトン類、アミン類などが好適に用いることができるが、更に特開平1-240517号公報に示される化合物を使用することができる。

【0015】メタセシス触媒の使用量としては、上記(a)成分と特定単量体とのモル比で「(a)成分:特定単量体」が、通常1:500~1:50000となる範囲、好ましくは1:1000~1:10000となる範囲とされる。(a)成分と(b)成分との好ましい割合は、金属原子比で(a):(b)が1:1~1:50、さらに好ましくは1:2~1:30の範囲である。(a)成分と(c)成分との好ましい割合は、モル比で(c):(a)が0.005:1~15:1、さらに好ましくは0.05:1~7:1の範囲である。

【0016】また、本発明において化1で表される単量

体と不飽和二重結合含有化合物との飽和共重合体を合成するための触媒としては、バナジウム化合物と有機アルミニウム化合物とからなる触媒が用いられる。バナジウム化合物としては、一般式 $VO(OR)_aX_b$ または $V(OR)_cX_d$ (ただし、RHA炭化水素基、 $0 \leq a \leq 3$ 、 $0 \leq b \leq 3$ 、 $2 \leq a+b \leq 3$ 、 $0 \leq c \leq 4$ 、 $0 \leq d \leq 4$ 、 $3 \leq c+d \leq 4$) で表されるバナジウム化合物、あるいはこれらの電子供与体付加物が用いられる。電子供与体としてはアルコール、フェノール類、ケトン、アルデヒド、カルボン酸、有機酸または無機酸のエステル、エーテル、酸アミド、酸無水物、アルコキシシラン等の含酸素電子供与体、アンモニア、アミン、ニトリル、イソシアナート等の含窒素電子供与体などが挙げられる。有機アルミニウム化合物触媒成分としては、少なくとも1つのアルミニウム-炭素結合あるいはアルミニウム-水素結合を有するものから選ばれた少なくとも1種が用いられる。触媒成分の比率はバナジウム原子に対するアルミニウム原子の好ましい比(A1/V)は2以上、さらに好ましくは2~50、特に好ましくは3~200の範囲である。

【0017】<開環重合反応用溶媒>開環重合反応において用いられる溶媒(分子量調節剤溶液を構成する溶媒、特定単量体および/またはメタセシス触媒の溶媒)としては、例えばペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、ノナン、デカンなどのアルカン類、シクロヘキサン、シクロヘプタン、シクロオクタン、デカリン、ノルボルナンなどのシクロアルカン類、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、クメンなどの芳香族炭化水素、クロロブタン、ブロムヘキサン、塩化メチレン、ジクロロエタン、ヘキサメチレンジブロミド、クロロベンゼン、クロロホルム、テトラクロロエチレンなどのハロゲン化アルカン、アリアルなどの化合物、酢酸エチル、酢酸n-ブチル、酢酸iso-ブチル、プロピオン酸メチル、ジメトキシエタンなどの飽和カルボン酸エステル類、ジブチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジメトキシエタンなどのエーテル類などを挙げることができる。これらのうち、芳香族炭化水素が好ましい。溶媒の使用量としては、「溶媒：特定単量体(重量比)」が、通常1：1~10：1となる量とされ、好ましくは1：1~5：1となる量とされる。

【0018】<分子量調節剤>開環重合体の分子量の調節は重合温度、触媒の種類、溶媒の種類によっても行うことができるが、本発明においては、分子量調節剤を反応系に共存させることにより調節する。ここに、好適な分子量調節剤としては、例えばエチレン、プロペン、1-ブテン、1-ペンテン、1-ヘキセン、1-ヘプテン、1-オクテン、1-ノネン、1-デセンなどの α -オレフィン類およびスチレンを挙げることができ、これらのうち、1-ブテン、1-ヘキセンが特に好ましい。

これらの分子量調節剤は、単独であるいは2種以上を混合して用いることができる。分子量調節剤の好ましい使用量としては、開環重合反応に供される特定単量体1モルに対して0.005~0.6モル、さらに好ましくは0.02~0.5モルとされる。

【0019】本発明で用いられる環状オレフィン系重合体の好ましい分子量は固有粘度(η_{inh})で0.2~5、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)で測定したポリスチレン換算の数平均分子量(M_n)は8,000~100,000、重量平均分子量(M_w)は20,000~300,000の範囲のものが好適である。

【0020】<水素添加触媒>以上のようにして得られる開環重合体は、水素添加触媒を用いて水素添加できる。水素添加反応は、通常の方法、すなわち、開環重合体の溶液に水素添加触媒を添加し、これに常圧~300気圧、好ましくは3~200気圧の水素ガスを0~200℃、好ましくは20~180℃で作用させることによって行われる。水素添加触媒としては、通常のオレフィン性化合物の水素添加反応に用いられるものを使用することができる。この水素添加触媒としては、不均一系触媒および均一系触媒が公知である。不均一系触媒としては、パラジウム、白金、ニッケル、ロジウム、ルテニウムなどの貴金属触媒物質を、カーボン、シリカ、アルミナ、チタニアなどの担体に担持させた固体触媒を挙げることができる。また、均一系触媒としては、ナフテン酸ニッケル/トリエチルアルミニウム、ニッケルアセチルアセトナート/トリエチルアルミニウム、オクテン酸コバルト/n-ブチルリチウム、チタノセンジクロリド/ジエチルアルミニウムモノクロリド、酢酸ロジウム、クロロトリス(トリフェニルホスフィン)ロジウム、ジクロロトリス(トリフェニルホスフィン)ルテニウム、クロロヒドロカルボニルトリス(トリフェニルホスフィン)ルテニウム、ジクロロカルボニルトリス(トリフェニルホスフィン)ルテニウムなどを挙げることができる。触媒の形態は粉末でも粒状でもよい。これらの水素添加触媒は、好ましくは開環重合体：水素添加触媒(重量比)が、1：1×10⁻⁶~1：2となる割合で使用される。このように、水素添加することにより得られる水素添加重合体は優れた熱安定性を有するものとなり、成形加工時や製品としての使用時の加熱によってはその特性が劣化することはない。ここに、水素添加率は、通常50%以上、好ましくは70%以上、より好ましくは90%以上、更に好ましくは95%以上、特に好ましくは97%以上である。

【0021】本発明の(B)成分として用いられるベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤について、以下に説明する。本発明に用いられる(B)成分は、分子量が300以上、好ましくは350以上5000以下、さらに好ましくは400以上3000以下、最も好ましくは500

以上2000以下のベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤である。この紫外線吸収剤の分子量が300未満であると、耐候性が十分でなく、一方分子量が5000を超えた場合には添加量を増やしたときに透明性を損なう場合がある。また、本発明の(B)成分は、温度20℃における蒸気圧が 1×10^{-8} Pa以下、好ましくは 1×10^{-9} Pa以下、さらに好ましくは 1×10^{-10} Pa以下、最も好ましくは 1×10^{-11} Pa以下である。温度20℃における蒸気圧が 1×10^{-8} Paを超えると、耐候

(光)性、特に高温での耐候(光)性が十分でなく、成形加工時の発塵性が大きくなり光学部品に成形加工した際に金型内や押出しロール表面に析出して光学部品の特性を低下させることがある。

【0022】また、本発明の(B)成分は、加熱減量測定(空气中：昇温速度10℃/分)での5%重量減少温度が200℃以上、好ましくは300℃以上、特に好ましくは350℃以上である。加熱減量測定(空气中：昇温速度10℃/分)での5%重量減少温度が200℃未満であると、成形加工時の発塵性が多くなり、金型汚染や成形環境のクリーン度低下を発生させるとともに光学部品の特性を低下させ、耐候(光)性、特に高温での耐候(光)性が十分でない。また、本発明の(B)成分の融点(Tm)は、好ましくは100℃以上、さらに好ましくは130℃以上、特に好ましくは160℃以上、最も好ましくは190℃以上である。融点を上記範囲内とすることで、得られる耐候性樹脂組成物の耐熱性を一層優れたものとする。本発明の(B)成分のベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤は、上記範囲を満たすものは全て使用可能であるが、特に好適なものとして、2-[2-ヒドロキシ-3,5-ビス(α , α -ジメチルベンジル)フェニル]2H-ベンゾトリアゾール、2,2'-メチレンビス[4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)-6-[(2H-ベンゾトリアゾール-2-イル)フェノール]]を挙げることができる。また、本発明の(B)成分は、上記範囲を満たすものの1種または2種以上を混合して使用することもできる。

【0023】本発明の(C)成分として用いられるヒンダードアミン系光安定剤について、以下に説明する。本発明に用いられる(C)成分は、分子量が500以上、好ましくは800以上5000以下、さらに好ましくは1500以上4000以下、最も好ましくは2000以上3500以下のヒンダードアミン系光安定剤(HALS)である。このヒンダードアミン系光安定剤の分子量が500未満であると、耐候性の改良が充分でなく、一方、分子量が5000を超えた場合には添加量を増やしたときに透明性を損なう場合がある。

【0024】また、本発明の(C)成分は、温度20℃における蒸気圧が 1×10^{-6} Pa以下、好ましくは 1×10^{-7} Pa以下、さらに好ましくは 1×10^{-8} Pa以下、特に好ましくは 1×10^{-9} Pa以下、最も好ましく

は 1×10^{-10} Pa以下である。温度20℃における蒸気圧が 1×10^{-6} Paを超えると、耐候(光)性、特に高温での耐候(光)性を十分に改良することができないとともに、成形加工時の発塵性が大きくなり光学部品に成形加工した際に金型内や押出しロール表面に析出して光学部品の特性を低下させる。また、本発明の(C)成分は、加熱減量測定(空气中：昇温速度10℃/分)での5%重量減少温度が250℃以上、好ましくは280℃以上、さらに好ましくは300℃以上、特に好ましくは320℃以上である。加熱減量測定(空气中：昇温速度10℃/分)での5%重量減少温度が250℃未満であると、成形加工時の発塵性が多くなり、金型汚染や成形環境のクリーン度低下を発生させるとともに光学部品の特性を著しく低下させ、耐候(光)性、特に高温での耐候(光)性の改良が十分でない。また、本発明の

(C)成分の融点(Tm)は、好ましくは50℃以上、さらに好ましくは80℃以上、特に好ましくは100℃以上である。融点を上記範囲内とすることで、得られる耐候性樹脂組成物の耐熱性を一層優れたものとする。

【0025】本発明の(C)成分のヒンダードアミン系光安定剤は、上記範囲を満たすものは全て使用可能であるが、特に好適なものとして、ポリ[6-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)アミノ-1,3,5-トリアジン-2,4-ジイル][(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル)イミノ]ヘキサメチレン[(2,2,6,6-テトラメチル-4-ヒペリジル)イミノ]、N,N'-ビス(3-アミノプロピル)エチレンジアミン-2,4-ビス[N-ブチル-N-(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル)アミノ]-6-クロロ-1,3,5-トリアジン縮合物、テトラキス(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル)1,2,3,4-ブタンテトラカルボキシラートを挙げることができる。また、本発明の(C)成分は、上記範囲を満たすものの1種または2種以上を混合して使用することもできる。

【0026】本発明の耐候性樹脂組成物中の(B)成分の使用割合は、(A)成分100重量部あたり、好ましくは0.00001~10重量部、より好ましくは0.0001~5重量部、さらに好ましくは0.001~3重量部、特により好ましくは0.01~1重量部である。(B)成分の使用量が(A)成分100重量部あたり0.00001重量部未満であると耐候(光)性の効果を得にくく、一方10重量部を超えると耐熱性の低下を引き起こす場合がある。

【0027】また、本発明の耐候性樹脂組成物中の(C)成分の使用割合は、(A)成分100重量部あたり、好ましくは0.00001~10重量部、より好ましくは0.0001~5重量部、さらに好ましくは0.001~3重量部、特により好ましくは0.01~1重量部である。(C)成分の使用量が(A)成分100重

量部あたり0.00001重量部未満であると耐候

(光)性の効果を得にくく、一方10重量部を超えると耐熱性の低下を引き起こす場合がある。さらに、本発明の耐候性樹脂組成物中の(B)成分と(C)成分の使用割合[(B)/(C):重量比]は、好ましくは0.001~1000、より好ましくは0.01~100、さらに好ましくは0.1~10、特により好ましくは0.2~5である。(B)成分と(C)成分の使用割合を上記範囲内にすることで、耐候(光)性、特に高温での耐候(光)性が一段と優れたものとなる。

【0028】本発明の組成物には流動性を改良する目的で炭化水素樹脂、ポリスチレンオリゴマー、ロジン樹脂等を添加することができる。本発明で使用する炭化水素樹脂、ポリスチレンオリゴマー、ロジン樹脂としては、ポリスチレン換算重量平均分子量が 2×10^4 以下、好ましくは $2 \times 10^4 \sim 100$ のものであり、かつ常温で固体のものである。具体例としては、C5系樹脂、C9系樹脂、C5系/C9系混合樹脂、シクロペンタジエン系樹脂、ビニル置換芳香族系化合物の重合体系樹脂、オレフィン/ビニル置換芳香族系化合物の共重合体系樹脂、シクロペンタジエン系化合物/ビニル置換芳香族系化合物の共重合体系樹脂、あるいは前記樹脂の水素添加物等を挙げることができる。

【0029】また、ロジン樹脂としては例えば、アピエチン酸、ピマル酸およびその誘導体(水添体、不均化体、重合体、エステル化体等)が挙げられる。これらの炭化水素系樹脂、ポリスチレンオリゴマー、ロジン樹脂のポリスチレン換算重量平均分子量が高すぎると、環状ポリオレフィン系樹脂との相溶性が悪くなり透明性が低減するので好ましくない。また、常温で液状の炭化水素樹脂等を用いると、樹脂の強度を低下させやすく、しかも樹脂の表面にブリードするので好ましくない。炭化水素樹脂等の配合割合は、環状ポリオレフィン系樹脂100重量部に対して、通常0.01~60重量部、好ましくは0.1~30重量部である。

【0030】本発明の耐候性樹脂組成物の配合方法は、例えば、二軸押出し機、ロール混練機などによる配合や、環状ポリオレフィン系樹脂の溶液に炭化水素樹脂等の溶液をブレンドしてペレット化する方法などが挙げられる。また、本発明の耐候性樹脂組成物には、機械的性質を向上させる目的で、ガラス繊維、炭素繊維、金属繊維、金属フレーク、ガラスビーズ、ワラストナイト、ロックフィラー、炭酸カルシウム、タルク、シリカ、マイカ、ガラスフレーク、ミルドファイバー、カオリン、硫酸バリウム、黒鉛、二硫化モリブデン、酸化マグネシウム、酸化亜鉛ウイスキー、チタン酸カリウムウイスキーなどの充填材を、1種単独で使用することも、あるいは2種以上を混合して用いることもできる。

【0031】次に、本発明の耐候性樹脂組成物には、公知の難燃剤、抗菌剤、木粉、カップリング剤、酸化防止

剤、可塑剤、着色剤、滑剤、シリコンオイル、発泡剤、帯電防止剤などの添加物を配合することができる。

【0032】本発明の耐候性樹脂組成物は、(A)成分である環状ポリオレフィン系樹脂またはその溶液に(B)成分および/または(C)成分またはその溶液をブレンドしてペレット化する方法、あるいは各種溶融混練り機、例えばバンバリーミキサー、ニーダー、ロール、フィーダー、ルーダーなどを用いて、各成分を混練りすることにより得られる。混練り温度は、好ましくは100~350℃、さらに好ましくは150~300℃である。また、各成分を混練りするに際しては、各成分を一括して混練りしてもよく、数回に分けて添加混練りしてもよい。混練りは、押し出し機を用い多段添加式で混練りしてもよく、またバンバリーミキサー、ニーダーなどで混練りし、その後、押し出し機でペレット化することもできる。本発明の製造法により製造される組成物は、公知の成形手段、例えば射出成形、圧縮成形、射出圧縮成形、押出成形法などを用いて成形品を作製することができる。

【0033】また、作製された組成物の表面に、無機化合物、シランカップリング剤などの有機シリコン化合物、アクリル系樹脂、ビニル系樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、フッ素系樹脂、シリコン樹脂などからなるハードコート層を形成することができる。ハードコート層の形成手段としては、熱硬化法、紫外線硬化法、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法などの公知の方法を挙げることができる。これによって、成形品の耐熱性、光学特性、耐薬品性、耐摩耗性および耐透湿性などを向上させることができる。

【0034】本発明の耐候性樹脂組成物の用途は特に限定されるものではなく、例えば光学材料として広い範囲にわたって使用することができる。例えば、メガネレンズ、一般カメラ用レンズ、ピックアップレンズ、ビデオカメラ用レンズ、望遠鏡レンズ、レーザビーム用レンズなどのレンズ類、光学式ビデオディスク、コンパクトディスク(CD)やミニディスク(MD)、DVDディスク等のオーディオディスク、相変化型ディスク、光磁気ディスク(MO)やCD-ROMディスク、CD-Rディスク、DVD-RAMディスク等のメモリディスクに挙げられる光ディスク類、位相差フィルムや偏光フィルム、透明導電性フィルム、OHPフィルム等の光学フィルムや光拡散板、導光板、液晶表示基板などの光学材料、フォトインタラプター、フォトカプラー、LEDランプ等の光半導体封止材、ICカード等のICメモリーの封止材、光ファイバー等として特に好適に使用することができる。

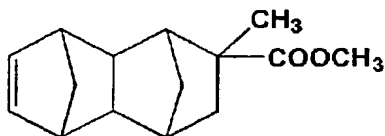
【0035】以下、本発明の実施例について説明するが、本発明がこれらによって制限されるものではない。

【0036】〔参考例1〕特定単量体として下記化2で表される8-メチル-8-メトキシカルボニルテトラシ

クロ[4, 4, 0, 12, 5, 17, 10]-3-ドデセン 250部と1-ヘキセン 41部をトルエン 750部を、窒素置換した反応容器に仕込み、60℃に加熱した。これに、トリエチルアルミニウム(1.5モル/l)のトルエン溶液 0.62部、t-BuOH/MeOHで変性(t-BuOH/MeOH/W=0.35/0.3/1;モル比)したWCl₆溶液(濃度0.05モル/l)3.7部を加え、80℃で3時間加熱攪拌して、開環重合体溶液(a)を得た。この重合反応における重合転化率は97%であり、重合体の固有粘度(η_{inh})は0.45であった。

【0037】

【化2】



【0038】〔参考例2〕参考例1で得られた重合体溶液(a)4000部をオートクレーブに入れ、これにRuHCl(CO)[P(C₆H₅)₃]30.48部を加え、水素ガス圧を100Kg/cm²、反応温度165℃の条件で3時間加熱攪拌した。得られた反応溶液を冷却した後、水素ガスを放圧し、水素添加重合体溶液(b)を得た。こうして得られた水素添加重合体を大量のメタノール中に注いで、重合体を凝固させた。こうして得られた水素添加重合体A-1の水素化率は実質上100%であった。

【0039】〔参考例3〕特定単量体として8-エチリデンテトラシクロ[4, 4, 0, 12, 5, 17, 10]-3-ドデセン 200部を用いたこと以外は参考例1と同様にして開環重合反応させ、重合体溶液(c)を得た。

〔参考例4〕重合体溶液(a)に代えて、重合体溶液(c)を用いたこと以外は参考例2と同様に水素添加反応を行い、水素添加重合体A-2を得た。

【0040】〔参考例5〕攪拌翼、ガス導入管、温度計および滴下ロートを備えた反応容器を窒素ガスで十分に置換し、この反応容器内に、モレキュラーシーブにより脱水乾燥させたシクロヘキサン2000部を入れ、窒素雰囲気下、テトラシクロドデセン75部、エチルアルミニウムセスキクロリドのn-ヘキサン溶液(1mol/l)6.6部を加えた。次いで、反応容器の内温を10℃に保った状態で、反応器内に、ガス導入管から、エチレンと窒素の混合ガス(エチレン:10l/Hr、窒素:40l/Hr)を10分間通した。この溶液にVO(OC₂H₅)Cl₂のn-ヘキサン溶液(0.07mol/l)23部を滴下ロートより滴下して共重合反応を開始し、前記混合ガスを通しながら反応を行った。反応開始後、30分経過後に反応溶液に少量のメタノールを添加して重合反応を停止させた後、この重合溶液を大量

のメタノール中に注ぎ、重合体A-3を凝固、回収した。

【0041】

【実施例】以下、実施例を挙げ本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り、以下の実施例に何等制約されるものではない。なお、実施例中、部および%は特に断らない限り重量基準である。また、実施例中の各種評価は、次のようにして測定した値である。

耐熱性

試験片形状が125×12.5×6.4(mm)で、荷重1820kPaでの荷重たわみ温度(℃)を測定した。

透明性

厚さ3.2mmの平板で、可視光領域における全光線透過率(%)を測定した。

【0042】耐候性

JIS K5400に準じて、サンシャインウエザーメーターを用い、ブラックパネル温度83℃、雨有り(18分/120分)条件下で試験片を照射して、400時間後の色相の変化(ΔYI)を色差計(スガ試験機(株)製)で測定した。

耐光性

フェードメーターを使用し、紫外線ロングライフカーボンアーク灯で紫外線照度2mJ/m²において200時間照射後の色相の変化(ΔYI)を色差計(スガ試験機(株)製)で測定した。

発塵性

射出成形時に金型横で、トランステック(株)製パーティクルカウンタ(モデル227)を用いて、1μm以上の塵の数を1立法メートル容積当たりで求めた。

【0043】成形加工例A

光学部品の成形加工例として、CD用対物ピックアップレンズをシリンダー温度280℃、金型温度120℃(ただし、比較例3のみ金型温度90℃)にて射出成形し、1時間連続成形後にレンズ表面に発生した数ミクロン大の微細な凹凸の有無を光学顕微鏡にて観察して次の三段階にて評価した。

- ： 全く発生無く、良好な光学特性を示す。
- ： 極一部に発生有り、光学特性は比較的良好なるも一部に特性低下有り。
- ×： 全体に発生有り、光学特性が悪く使用に適さない。

成形加工例B

光学部品の成形加工例として、液晶基板等に使用される光学シートを、ペント付き単軸押出し機に25cm長のTダイを取り付け、シリンダー温度300℃、真空度750mmHg、吐出量25kg/h、引き取りロール温度120℃にて作製し、2時間後にロール表面に発生した曇り状析出物ならびにそれに起因するシート表面に発

生ずる剥離ムラの有無を目視にて観察して次の三段階にて評価した。

◎： 全く発生無し、良好な光学特性を示す。

○： 極一部に発生有り、光学特性は比較的良好なるも一部に特性低下有り。

×： 全体に発生有り、光学特性が悪く使用に適さない。

【0044】接着性

光学部品のハードコート接着性の評価として、幅40mm×長さ80mm×厚さ3.2mmの表面が平滑な平板を射出成形したものを、イソプロピルアルコールに1時間浸漬し、80℃で1時間熱風乾燥した後に、信越化学工業(株)製のシリコンハードコーティング剤X-12-2206を塗布し、室温で30分間乾燥した後、80℃で2時間乾燥してコートした。このコート物表面を基盤目剥離試験を行い、次の二段階で評価した。

○： 全く剥離が無かった。

×： 剥離が有った。

【0045】(B)成分

(B)成分として、以下のものを使用した。

B-1： 2-[2-ヒドロキシ-3,5-ビス(α , α -ジメチルベンジル)フェニル]2H-ベンゾトリアゾール。このものの分子量は448であり、温度20℃における蒸気圧は 2×10^{-10} Pa、5%重量減少温度は305℃(空气中：昇温速度10℃/分)、融点(Tm)は140℃であった。

B-2： 2,2'-メチレンビス[4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)-6-[(2H-ベンゾトリアゾール-2-イル)フェノール]]。このものの分子量は659であり、温度20℃における蒸気圧は 5×10^{-12} Pa、5%重量減少温度は370℃(空气中：昇温速度10℃/分)、融点(Tm)は196℃であった。

【0046】比較例に用いた(B)成分

比較例に用いた(B)成分として、以下のものを使用した。

B-3： 2-(5-メチル-2-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール。このものの分子量は225であり、温度20℃における蒸気圧は 2×10^{-4} Pa、5%重量減少温度は190℃(空气中：昇温速度10℃/分)、融点(Tm)は126℃であった。

【0047】(C)成分

(C)成分として、以下のものを使用した。

C-1： ポリ[6-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)アミノ-1,3,5-トリアジン-2,4-

ジイル][2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル)イミノ]ヘキサメチレン[(2,2,6,6-テトラメチル-4-ヒペリジル)イミノ]]。このものの分子量は2400であり、温度20℃における蒸気圧は 6×10^{-10} Pa、5%重量減少温度は330℃(空气中：昇温速度10℃/分)、融点(Tm)は125℃であった。

C-2： N,N'-ビス(3-アミノプロピル)エチレンジアミン-2,4-ビス[N-ブチル-N-(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル)アミノ]-6-クロロ-1,3,5-トリアジン縮合物。このものの分子量は2500であり、温度20℃における蒸気圧は 5×10^{-11} Pa、5%重量減少温度は325℃(空气中：昇温速度10℃/分)、融点(Tm)は135℃であった。

C-3： テトラキス(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル)1,2,3,4-ブタンテトラカルボキシラート。このものの分子量は847であり、温度20℃における蒸気圧は 1×10^{-9} Pa、5%重量減少温度は285℃(空气中：昇温速度10℃/分)、融点(Tm)は78℃であった。

【0048】比較例に用いた(C)成分

比較例に用いた(C)成分として、以下のものを使用した。

C-4： コハク酸ジメチル-1-(2-ヒドロキシエチル)-4-ヒドロキシ-2,2,6,6-テトラメチルピペリジン重縮合物。このものの分子量は3600であり、温度20℃における蒸気圧は 3×10^{-6} Pa、5%重量減少温度は310℃(空气中：昇温速度10℃/分)、融点(Tm)は65℃であった。

C-5： ビス(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート。このものの分子量は481であり、温度20℃における蒸気圧は 1×10^{-8} Pa、5%重量減少温度は240℃(空气中：昇温速度10℃/分)、融点(Tm)は83℃であった。

【0049】実施例1~5、比較例1~5

表1に示す配合処方で、ニーダーを用い、設定温度260℃で熔融混練りし、その後、フィーダー-ニーダーでペレット化した。このときペレット中の添加剤量を溶媒抽出して規定量配合されているかを確認した。こうして作製した耐候性光学材料を用いて、試験片を280℃で射出成形し、各種評価を行うとともに、上記評価を併せて行った。評価結果を表1に示す。

【0050】

【表1】

	A成分 (量)	B成分 (量)	C成分 (量)	耐熱性 (℃)	透明性 (%)	耐候性 (ΔYI)	耐光性 (ΔYI)	発塵性 (個)	成形加工 A	成形加工 B	接着性
実施例	1 A-1 100	B-2 0.1	C-2 0.1	185	92	2	2	1100	◎	◎	◎
	2 A-2 100	B-1 0.1	C-1 0.1	135	91	4	2	2000	○	○	○
	3 A-3 100	B-2 0.1	C-3 0.1	130	91	4	2	2100	◎	○	○
	4 A-1 100	B-2 0.2	C-1 0.1	165	92	3	1	1200	◎	◎	◎
	5 A-1 100	B-1 0.1	C-2 0.2	185	92	1	3	1200	○	○	◎
比較例	1 A-1 100	B-3 0.1	C-2 0.1	185	92	8	7	11100	×	×	○
	2 A-2 100	B-1 0.1	C-6 0.1	135	91	10	5	12000	×	×	×
	3 A-3 100	B-2 0.1	C-4 15	95	76	4	4	222000	×	×	×
	4 A-1 100	—	C-1 0.1	185	92	6	8	1100	◎	◎	○
	5 A-1 100	B-1 0.1	—	185	92	8	7	1000	◎	◎	○

【0051】実施例1～5より、本発明の耐候性光学材料は、耐候（光）性が優れるとともに、透明性、耐熱性に優れ、成形加工時の発塵性が少なく光学部品として成形加工した際に優れた光学特性を発揮する良好な耐候性光学材料であることが分かる。また、実施例1～5の各サンプルの耐候（光）試験前後の力学強度（曲げ強度、アイゾットインパクト値）変化がいずれも10%未満の良好な特性を示すことを確認している。一方、比較例1は（B）成分が本発明の範囲外であり、耐候（光）性、発塵性に劣り、成形加工した際に光学部品として適さない。比較例2は（C）成分が本発明の範囲外であり、耐候（光）性、発塵性に劣り、成形加工した際に光学部品として適さない。比較例3は（C）成分量が比較的に多く、耐熱性、透明性、発塵性に劣り、成形加工した際に光学部品として適さない。比較例4は（B）成分が存在しないために、耐候（光）性に劣る。比較例5は（C）成分が存在しないために、耐候（光）性に劣る。また、比較例1～5の各サンプルの耐候（光）試験前後の力学強度（曲げ強度、アイゾットインパクト値）変化はいず

れも30%以上であり、大きな特性低下を示すことを確認している。

【0052】

【発明の効果】本発明の耐候性樹脂組成物は、耐候性光学材料として有用であり、環状ポリオレフィン系樹脂本来の優れた透明性、耐熱性、機械的特性を維持しつつ、耐候（光）性に優れ、成形加工時の発塵性が少なく良好で、光学部品に成形加工した際に優れた光学特性を発揮することから、光学用途の中で、例えば屋外での使用や光源近くでの使用のように、紫外線成分が多く照射される環境で、成形品が黄色く変色したり、時によっては成形品表面に微細なクラックが発生するなどの問題を生じさせない良好な材料であり、さらに、加工時におけるクリーン度の低下ならびに成形金型の汚染等の悪影響を防止できることから、例えば光ディスク、光半導体封止、光学レンズ、光ファイバー、光学用フィルム、光学材料などの分野での環状オレフィン系重合体の応用分野の拡大に貢献することができ、工業的価値は極めて高い。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

テマコード (参考)

G 0 2 B 6/00

3 9 1

G 0 2 B 6/00

3 9 1

(72) 発明者 鈴木 義信

東京都中央区築地2丁目11番24号 ジェイ
エスアール株式会社内

Fターム(参考) 2H050 AB42Z

4J002 BK001 CE001 EU087 EU176
EU187 FD047 FD056